

Application News

No. C234K

Water Analysis / LCMS-8060

LC-MS/MS를 이용한 수돗물 중 할로아세트에이드 9 성분 동시분석법 (High-Speed Analysis of 9 Haloacetic Acids in Tap Water Using Triple Quadrupole LC/MS/MS)

□ 소개

할로아세트에이드 (HAAs)은 물 정화 과정에서 염소 소독 (Chlorination)에 의해 생성되는 소독 부산물로 널리 알려져 있다. 현재 한국은 먹는물수질공정시험기준 할로아세트에이드류-기체크로마토그래피-질량분석법 (ES 0552.1b)에 따라 3개의 할로아세트에이드 (디클로로아세트에이드, 트리클로로아세트에이드, 디브로모아세트에이드)가 수질 관리를 위해 측정되고 있다.

GC/MS 방법은 용매추출과 유도체화 방법을 사용하는 반면, LC/MS 방법은 직접분석이 가능하기 때문에 간단한 전처리 방법으로 분석의 효율성을 향상시킬 수 있어서 현재 널리 사용되고 있다. 따라서 이 뉴스레터에서는 LC-MS를 이용하여 9개의 할로아세트에이드를 15분 내에 분석하면서 만족스러운 유효성 평가 결과를 얻은 분석법을 소개한다.

□ 할로아세트에이드 9 성분의 MRM 크로마토그램과 검정곡선

<그림 1>은 농도 2 µg/L의 할로아세트에이드 9 성분에 대한 MRM 크로마토그램과 농도 (1-20) µg/L 범위에서의 검정곡선을 나타낸 것이다. 할로아세트에이드 9 성분 모두 2 µg/L 농도에서 검출이 되었으며, 전 성분에 대한 만족스러운 직선성을 얻었다.

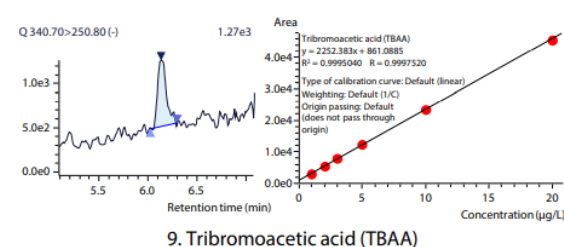
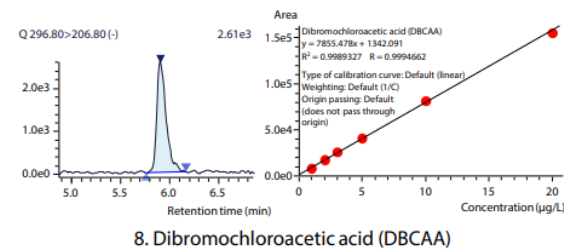
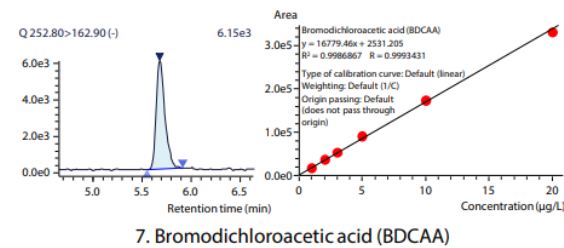
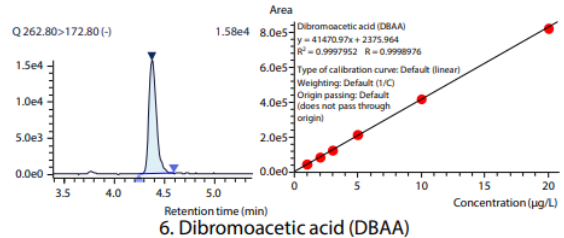
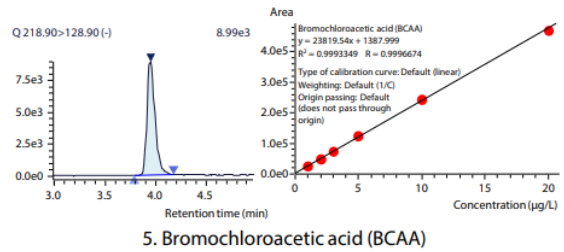
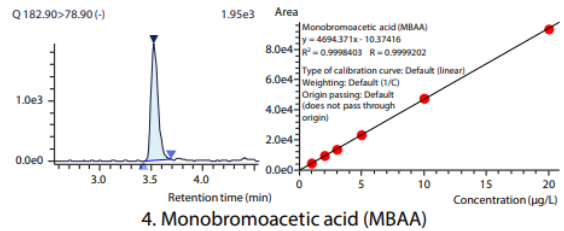
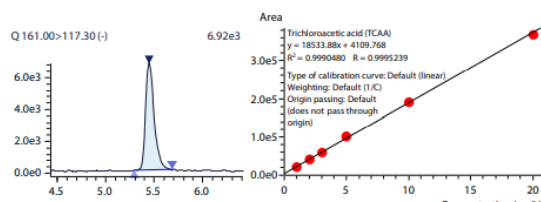
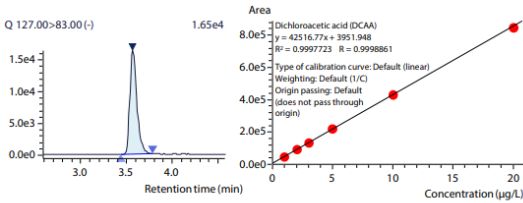
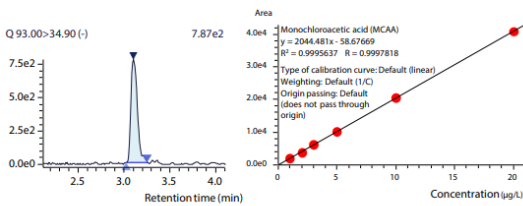


그림 1. MRM 크로마토그램 (2 µg/L) 및 검정곡선 (1-20 µg/L, n=3)

□ 분석 조건

할로아세트에시드 9 성분에 대한 세부 분석조건은 <표 1>과 같다.

표 1. LC-MS/MS 분석 조건

Column	CAPCELLPAK MG III C18 (150 mm×3.0 mm, 3 μm, Osaka Soda)					
Mobile phase	A: 0.2 % Formic acid-Water B: 0.2 % Formic acid-Methanol					
Time program	B conc. 1 % (0 min) - 100 % (7 min)					
Flow rate	0.50 mL/min					
Column temperature	50 °C					
Injection volume	30 μL					
Probe voltage	-2.0 kV (ESI-Negative)					
DL temperature	150 °C					
Block heater temperature	100 °C					
Interface temperature	130 °C					
Nebulizing gas flow	15 L/min					
Drying gas flow	5 L/min					
MRM transition	MCAA	m/z	93.0 > 34.9	MBAA	m/z	182.9 > 78.9
	DCAA	m/z	127.0 > 83.0	BCAA	m/z	218.9 > 128.9
	DBAA	m/z	262.8 > 172.8	TCAA	m/z	161.0 > 117.3
	BDCAA	m/z	252.8 > 162.9	CDBAA	m/z	296.8 > 206.8
	TBAA	m/z	340.7 > 250.8			

□ 수돗물을 이용한 유효성 평가 시험조건

탈염소제인 아스코르빈산 나트륨을 수돗물에 첨가하여 바탕 용액 (blank solution)을 준비하였으며, 측정을 위한 샘플은 바탕 용액에 각 성분의 농도가 2 μg/L 가 되도록 표준용액을 첨가하여 준비하였다. 할로아세트에시드 9 성분에 대한 MRM 크로마토그램은 <그림 2>와 같으며, 정량 결과는 <표 2> 에 정리하였다.

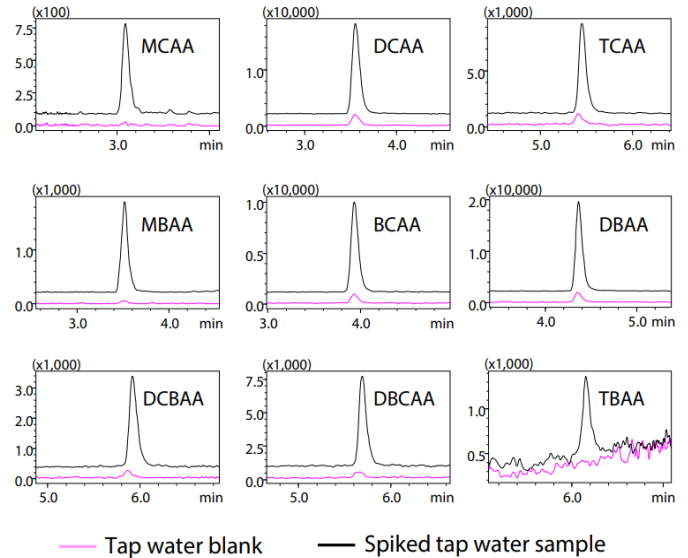


그림 2. 수돗물 바탕 용액과 표준품을 첨가한 시료의 MRM 크로마토그램

표 2. 표준품을 첨가한 수돗물 시료의 회수율 결과 (n=5)

MCAA		DCAA		TCAA	
Recovery %	%RSD	Recovery %	%RSD	Recovery %	%RSD
92	2.3	94	2.9	104	1.6
MBAA		BCAA		DBAA	
Recovery %	%RSD	Recovery %	%RSD	Recovery %	%RSD
87	2.6	91	2.1	93	1.5
BDCAA		DBCAA		TBAA	
Recovery %	%RSD	Recovery %	%RSD	Recovery %	%RSD
101	1.6	99	2.4	101	4.6

□ 결론

브롬을 함유한 할로아세트에시드 9 성분 분석을 통해 (1-20) μg/L의 농도 범위에서의 검정곡선에 대한 직선성을 확보하였다. 수돗물 시료에 대한 회수율 평가에서는 정확도 ±15 % 이내, 피크면적에 대한 반복성은 %RSD ≤ 5 %의 결과를 나타내었다. 이 실험은 한국의 먹는물수질공정시험기준 (ES 05552.1b)에 해당하는 성분을 포함한 9개의 할로아세트에시드를 LC-MS/MS를 이용하여 15분 내에 동시분석을 할 수 있음을 보여준다.

□ 참고 문헌

- 1) Application News No. C234, High-Speed Analysis of 9 Haloacetic Acids in Tap Water Using Triple Quadrupole LC/MS/MS
- 2) 먹는물수질공정시험기준 ES 05552.1b, 할로아세트에시드류-기체크로마토그래피-질량분석법